



SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus Patent- och registerstyrelsen

(B) (11) KUULUTUSJULKAISU
UTTAGGNINGSEKRIET

87372

C (11) 01.01.1987
Date of publication 03.10.1987

(51) Kv.1k.5 - Int.cl.5

D 21C 9/00, C 12S 3/04

(21) Patentihakemus - Patentansökning	891530
(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag	30.03.89
(24) Alkupaivä - Löpdag	30.03.89
(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	01.10.90
(44) Nähtäväsipanon ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	15.09.92

(71) Hakija - Sökande

1. Genencor International Europe Oy, Kyllikinportti 2, 00240 Helsinki, (FI)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. Jokinen, Olli, Rajakallio D, 02460 Kantvik, (FI)
2. Kettunen, Jukka, Avainkimpunkatu 4 B, 26100 Rauma, (FI)
3. Lepo, Jarkko, Kanavakatu 31-33 C 29, 26100 Rauma, (FI)
4. Nieminen, Tapio, 26720 Monnanummi, (FI)
5. Laine, Jaakko E., Adantpolku 11, 02460 Kantvik, (FI)

(74) Asiamies - Ombud: Oy Kolster Ab

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä revittävyydeltään parannetun fluffmassan valmistamiseksi
Förfarande för framställning av fluffmassa med förbättrad rivbarhet

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

CA A 758488, FR B 2557894,
Tappi, vol. 67, nro 10, 1984, p. 31,33

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö koskee menetelmää revittävyydeltään parannetun fluffmassan valmistamiseksi suoritettavalla massalla entsymikäsittely jossakin massan valmistusprosessin vaiheessa. Entsyymikäsittely suoritetaan edullisesti entsyymivalmistella, joka sisältää sellulolyyttistä ja/tai hemisellulolyyttistä aktiivisuutta. Entsyymikäsittely fluffmassa on erityisen käyttökelpoista kertakäyttöisten hygieniatuotteiden ja kuivaraunautuotteiden valmistukseen.

Uppfinningen avser ett förfarande för framställning av fluffmassa med förbättrad rivbarhet genom att underkasta massan enzymbehandling i något skede av massans framställningsprocess. Enzymbehandlingen utförs företrädesvis medelst ett enzympreparat, som innehåller cellulolytisk och/eller hemicellulolytisk aktivitet. Enzymbehandlad fluffmassa är speciellt användbar vid framställning av engångshygieniprodukter och torrformade produkter.

Menetelmä revittävyydeltään parannetun fluffmassan valmistamiseksi

5 Keksinnön kohteena on menetelmä parannettujen fluff-
eli revinnäismassojen valmistamiseksi. Lisäksi keksintö
koskee tämän parannetun fluffmassan käyttöä kertakäyttöis-
ten hygieniatuotteiden ja kuivarainautustuotteiden valmistuk-
seen.

10 Keksinnön mukaisesti fluffmassan revintäominaisuuksia
parannetaan entsyymikäsittelyllä.

Fluff- eli revinnäismassoja valmistetaan maailmassa
noin 2,5 miljoonaa tonnia. Valmistukseen käytetään ainoas-
taan pitkäkuituisia havupuita. Massoista yli 90 % on täys-
valkaistuja kemiallisia selluja ja näistä yli 90 % sulfaat-
15 timassoja. CTMP-massojen (kemitermomekaanisten massojen)
osuus on alle 10 %. Ne ovat yleensä peroksidivalkaistuja
vaaleuteen 70 - 80 % ISO. Myös TMP:tä (termomekaanista
massaa) ja hioketta on käytetty vähäisessä määrin fluff-
massana.

20 Kemiallisten fluffmassojen keitto ja valkaisu ei
mainittavasti poikkea paperimassojen valmistuksesta. CTMP-
massojen osalta freenestaso (suotautuvuus) on paperimassoja
selvästi korkeampi eli 500 - 700 ml CSF.

25 Fluffmassojen rainanmuodostus, märkäpuristus ja
kuivatus poikkeaa merkittävästi paperimassan valmistuksesta
ja nämä ovat lopputuotteen laadun sekä prosessoitavuuden
kannalta kriittisiä valmistusvaiheita. Yli 95 % fluffmas-
soista toimitetaan asiakkaalle rullina, joissa massan kos-
teus vaihtelee 5 ja 10 %:n välillä.

30 Fluffmassoja käytetään kertakäyttöisten hygienia-
tuotteiden, kuten lasten vaippojen, naisten kuukautissi-
teiden, pikkuhousunsuojien sekä aikuisvaippojen ja sairaala-
alustojen imukerrostien raaka-aineena sellaisenaan tai
yhdessä superabsorbenttien ja/tai synteettisten kuitujen
35 kanssa. Massoista yli 80 % käytetään lasten vaipoissa.

Fluffmassojen vaativin käyttösovellutus on ns. kui-

varainautuotteet, kuten kuivapaperit, joita käytetään esimerkiksi kattautuotteissa, erilaisissa pyyhintäsovel-lutuksissa sekä kotitalouksissa, teollisuuspyyhkeissä ja sairaalatuotteissa. Näiden tuotteiden massantarve on maail-
5 massa noin 70000 - 80000 t/a ja kasvu on yli 10 % vuodessa. Käytetty massa on 100-prosenttisesti kemiallista sellua. Osa näistä tuotteista on värjättyjä, jolloin joko sellu on värillistä tai värjäys suoritetaan kuivarainauksen yh-teydessä.

- 10 Sekä vaipanvalmistuksen että kuivarainauksen eräs oleellisimpiä prosessivaiheita on massan (yleisimmin sellu tai CTMP) revintä. Revinnässä sellurata (1 - 3 rataa pääal-lekkäin) johdetaan rullalta repijään, joka on yleisimmin ns. vasaramylly, mutta myös piikkimyllyjä ja levyjauhimia
15 käytetään. Joskus revintä voidaan suorittaa kahdessa vai-heessa esimerkiksi levyjauhin-vasaramylly-yhdistelmällä. Paalimassoja käytettäessä massa leikataan ensin suikaleik-si, jotka sitten syötetään repijään erillisen annostelijan kautta. Repijässä massarata joutuu pyörivän revintäelimen,
20 kuten vasaroiden ja vastaterien väliin, joka etäisyys on muutamia millimetrejä. Tällä käsittelyllä massasta (joka sisältää kosteutta tyypillisesti 7 %) pyritään irrottamaan puukuidut toisistaan mahdollisimman ehjinä. Revinnän "hy-vyyttä" voidaan mitata esimerkiksi kuitupituuden alenemi-
25 sellä, hienoaineksen eli pölyn muodostumisella sekä hajoa-mattomien kappaleiden (kuitukimput, massapalat jne.) mää-rällä eli ns. nuppuluvulla, sekä revintäenergialla. Hygie-niatuotteiden valmistuksessa käytetyt energiamäärät vaih-televat hyvin laajalla alueella, 80 - 250 MJ/t massaa.
30 Nuppuluku vaihtelee hygieniatuotteissa tyypillisesti 5 ja 30 %:n välillä, mitattuna SCAN-nuppulukumittarilla (SCAN-CM 37:85). Sen sijaan kuivarainautuotteissa vaaditaan lähes nuputon tuote eli tason täytyy olla alle 1 %. Tavoit-teena on saavuttaa mahdollisimman nuputon tuote mahdolli-
35 simman pienellä energiankulutuksella, mutta samalla kuidut ehjinä säilyttäen. Jos energiaa käytetään liikaa, siitä

seuraa, paitsi taloudellista menetystä, haittoja kuten kuitupituuden lyhentymistä, pölyn muodostusta ja kuitujen sähköistymistä, mikä puolestaan heikentää tasaisen radan muodostumista.

- 5 Nuppuluku/revintäenergia-enerbiasuhde riippuu ensisijaisesti massanvalmistusprosessista sekä massaradan tai -arkin tiheydestä. Tyypillisesti sulfaattimassat ovat "kovempia", ts. vaativat enemmän energiaa kuin sulfiittitai CTMP-massat ja märkäpuristuksella tuotettu massaradan
- 10 tiheyden nosto lisää aina energiantarvetta.

Fluffmassan revittävyyttä (revintäenergia/nuppuluku) on yritetty parantaa kemiallisten ja CTMP-massojen tapauksessa käsittelemällä massa ennen kuivatusta ns. debonding-kemikaaleilla. Näillä on kuitenkin aina massan imuominaisuuksia heikentävä vaikutus, eivätkä useimmat hygieniatuotteiden valmistajat hyväksy niiden käyttöä, minkä vuoksi massanvalmistajat voivat turvautua debonding-käsittelyihin vain hyvin rajoitetusti.

Tehokkain tapa parantaa revittävyyttä on siis alentaa massaradan tiheyttä eli estää kuitujenvälisten vetysidosten syntymistä. Tästä on kuitenkin aina seurauksena kuivatuskapasiteetin lasku, mikä merkitsee kannattavuuden heikkenemistä, koska useimmissa fluffmassatehtaissa nimenomaan kuivatus on kapasiteettia rajoittava tekijä.

- 25 Eräs ratkaisu fluffmassan revittävyiden parantamiseen on esitetty CA-julkaisussa 1 206305. Tämän julkaisun mukaisesti kemiallista massaa käsitellään vesipitoisen lietteen muodossa kaasumaisella ammoniakilla paineen alaisena, jolloin saadaan revittävyysominaisuuksiltaan parantunut fluffmassa. Lopputuotteella ilmoitetaan olevan myös
- 30 parantuneet imuominaisuudet.

Kuitenkaan tunnetut menetelmät eivät tarjoo riittävästi ratkaisua fluffmassan revittävyudessa esiintyviin ongelmiin.

- 35 Esimerkkejä entsyymikäsitteystä massan valmistuksessa löytyy alan kirjallisuudesta. Esim. FR-patenttijul-

kaisussa nro 2557894 on kuvattu menetelmä sellumassan käsittelemiseksi ksylanaasientsyyminällä tarkoituksena jauhasajan lyhentäminen. CA-patenttijulkaisu nro 758488 koskee menetelmää massan jauhatusominaisuuksien parantamiseksi
5 sellulaasi/pektinaasi/lipaasi-entsyymikäsittelyllä. FR-patenttijulkaisu nro 2571738 puolestaan koskee menetelmää, jossa sellulaasikäsittelyn avulla saadaan massalle erikois-massan ominaisuudet. JP-patenttijulkaisu nro 60126395 koskee menetelmää parantaa jauhatusprosessia entsyymillisäyk-
10 sellä.

JP-patenttijulkaisussa nro 59009299 on kuvattu menetelmä, jossa lisätään siistausprosessiin painomusteen poistamisen tehostamiseksi alkaalista sellulaasia yhdessä pinta-aktiivisen aineen kanssa.
15 JP-hakemusjulkaisu nro 63059494 koskee menetelmää uusiomassan valkoisuuden parantamiseksi alkaalisen sellulaasin avulla.

FR-patenttihakemuksessa nro 8613208 on kuvattu menetelmä esimerkiksi kierrätysmassan ominaisuuksien parantamiseksi sellulaasi/hemisellulaasi-käsittelyllä.
20

Entsyymikäsittelyn soveltamista fluffmassan valmistukseen ei ole kuitenkaan alalla aikaisemmin kuvattu.

Esillä olevan keksinnön kohteena on fluffmassan revittävyysominaisuuksien parantaminen entsyymikäsittelyn avulla. On havaittu, että entsyymikäsittely ei vaikuta
25 haitallisesti fluffmassan muihin tärkeisiin ominaisuuksiin, kuten kuitupituuteen ja imuominaisuuksiin. Revittävyysominaisuuksien paraneminen merkitsee käytännössä sitä, että repimiseen tarvittava energiamäärä vähenee ja revityn massan nuppuluku vähenee.
30

Keksinnön mukaisella entsyymikäsittelyllä saatu hyöty näkyy käytännössä siten, että

1) fluffmassojen kuivatuskapasiteettia voidaan lisätä oleellisesti, koska massan märkäpuristusta voidaan lisätä
35 revittävyttä huonontamatta ja koska massan kuiva-ainepitoisuus ennen kuivatusta nousee lisätyn märkäpuristuksen

vaikutuksesta, ja/tai

2) märkäpuristus ja tiheystaso säilyttäen voidaan oleellisesti parantaa revittävyttä, imuominaisuuksia kuitenkin heikentämättä.

- 5 Entsyy mikäsittely voidaan keksinnön mukaan suorittaa missä tahansa fluffmassan valmistusprosessin vaiheessa. Massa voidaan siten käsitellä entsyymillä joko ennen massan valkaisua, jonkin massan valkaisu vaiheen yhteydessä tai massan valkaisun jälkeen. Myös massan kuivatuksen yhteydessä joko ennen kuivatuskonetta tai itse kuivatuskoneella tapahtuva entsyymikäsittely on mahdollinen.

- 10 Kaikissa tapauksissa entsyymi muokkaa kuitujen ja mahdollisen hienoaikkeen pintaominaisuuksia siten että sitoutuminen vähenee ja siten massan revittävyysominaisuudet paranevat.

- 15 Käytettävä entsyymi on edullisesti sellulaasi, hemisellulaasi tai näiden seos, ja sopivina entsyymituotteina voidaan mainita Multifect L250 ja Multifect K, jotka ovat kaupallisia valmisteita, valmistaja Suomen Sokeri Oy.
- 20 Entsyymikäsittelyn lämpötila voi olla alueella 10 - 90 °C, sopivimmin alueella 40 - 70 °C. Käsittelyaika riippuu entsyymiannostuksesta ja käsittelyolosuhteista ja se vaihtelee 10 minuutista vuorokauteen, sopivimmin käsittelyaika on 0,5 - 8 h. Entsyymikäsittely voidaan suorittaa joko mas-
- 25 sasulpuille, jonka sakeus on 0,2 - 20 %, sopivimmin 2 - 12 %, tai rainatulle radalle, jonka kuiva-ainepitoisuus on 1 - 99 %, sopivimmin 20 - 50 % tai 80 - 95 %.

- Keksinnön mukaisesti käytettävien eri entsyymilajien sopivat annostukset entsyymiaktiivisuuksina ilmaistuna ovat
- 30 seuraavissa rajoissa (U = aktiivisuusyksikkö):

Sellulaasit:

suodatinpaperiaktiivisuus 0 - 20000 U/kg massaa

CMC-aktiivisuus 0 - 500000 U/kg massaa

Hemisellulaasit:

- 35 esim. ksy lanaasi 0 - 2000000 U/kg massaa

mannanaasi 0 - 500000 U/kg massaa

- Suodatinpaperiaktiivisuuden määrittäminen on kuvattu julkaisussa Ghose, T.K., Patnak, A.N., Bisaria, V.S., Symposium of Enzymatic Hydrolysis of Cellulose, Bailey, M., Enari T.M., Linko, M., Eds. (SITRA, Aulanko, Finland, 1975), 111 - 136; CMC (karboksimeetyylisellulaasi)-aktiivisuuden määrittäminen julkaisussa Mandels, M., Weber, J., Adv. Chem. Ser. 95 (1969) 391 - 413; ja ksylanaasin määrittäminen julkaisussa Khan, A.W., Tremblay, D., LeDuy, A., Enzyme Microb. Technol., 8 (1986) 373 - 377.
- 10 Mannanaasiaktiivisuus määritettiin seuraavasti:
 1 ml:aan "Locust bean gum" -liuosta (0,5 %, Sigma No. G-0753, tehty 50-mM natriumsitraattipuskuriin, pH 5,3) lisättiin 1 ml samaan puskuriin sopivasti laimennettua entsyymiä. Liuosta inkuboitettiin 50 °C:ssa vesihauteessa 10
 15 minuuttia. Reaktio lopetettiin lisäämällä 3 ml DNS-reaktiossa ja väri kehitettiin keittämällä 5 minuuttia. Absorbanssi mitattiin 540 nm:n aallonpituudella. Yksi entsyymiyksikkö (U) vapauttaa yhden mikromoolin pelkistäviä sokkereita mannoosiksi laskettuna minuutissa määrittämisolosuhteissa.

Keksintöä kuvataan seuraavassa lähemmin laboratorio-kokeisiin perustuvan suoritusesimerkin avulla.

Esimerkki 1

- Kokeessa käytettiin fluffmassaa, joka oli valmistettu
 25 kuusi/mänty-sekahakkeesta NS-AQ-menetelmällä (neutraalisulfiitti-antrakiniini-menetelmä) ja valkaistu käyttäen O-D-E₀-D sekvenssiä (happi-klooridioksidi-hapella vahvistettu alkaliuutto-klooridioksidi-sekvenssi), ja joka oli otettu
 30 riion entsyymikäsittelykokeita varten. Entsyymikäsittely suoritettiin käyttäen seuraavia olosuhteita:
- | | |
|-----------|-------|
| lämpötila | 50 °C |
| pH | 5,0 |
| aika | 2 h |
| 35 sakeus | 3 % |

Käytetyt entsyymipreparaatit ja niiden aktiivisuudet
ilmenevät taulukosta 1.

Taulukko 1

Käytetyt entsyymipreparaatit ja niiden aktiivisuudet

5

		Entsyymi	
		Multifect L250	Multifect K
CMC-akt. U/ml		2800	800
Ksylanaasiakt. U/ml		500	5000
10	Suod.pap.akt. U/ml	110	40
	Mannanaasiakt. U/ml	90	190

Käytetyt entsyymiannostukset olivat 0 (= vertailu),
ja 2 ja 5 1/1000 kg massan kuiva-ainetta (1/t), jolloin
15 lisätyt entsyymimäärät ilmoitettuna entsyymiyksikköinä
kg:aa massan kuiva-ainetta kohti olivat seuraavat:

Taulukko 2

Lisätyt entsyymimäärät kg:aa kohti massan kuiva-ainetta

Entsyymi	Annos (l/t)	CMC-akt. U/kg	Ksylanaasiakt. U/kg	Suod.pap.akt. U/kg	Mannanaasiakt. U/kg
Multifect L250	2	5600	1000	220	180
Multifect L250	5	14000	2500	550	450
Multifect K	2	1600	10000	80	380
Multifect K	5	4000	25000	200	950

Entsyy mikäsittelyn/vertailukäsittelyn jälkeen mas-
sasta valmistettiin ns. fluff-arkkeja, joiden tavoiteneliö-
paino oli 600 g/m². Arkkit tehtiin ns. isolla arkkimuotilla
(= arkkimuotti malli KCL, mutta kooltaan isompi) ja valmis-
5 tuksen jälkeen ne puristettiin (paine 10 bar, aika 3 min)
ja kuivattiin (ilmakuivatus: lämpötila 80 °C, aika 8 h).

Kuivauksen jälkeen arkkit ilmastoitiin ja testattiin
eli fluffattiin ja mitattiin fluffatun massan ominaisuudet.
Testaustulokset ovat taulukossa 3.

Taulukko 3

Arkkien fluffaus (= revintä)-ominaisuudet

Entsyymi	Annos l/t	Energian kulutus fluffauksessa MJ/t	Nuppuluku fluffauksen jälkeen %	Fluffatun massan kuitupituus mm	Fluffatun massan absorp- tioaika s
Vertailu 1	-	172	17	2,12	3,6
Vertailu 2	-	168	19	2,05	3,2
Vertailu 3	-	170	14	2,03	4,0
Multifect L250	2	134	8	2,00	3,6
"	5	123	19	1,87	5,3
Multifect K	2	145	8	2,01	3,6
"	5	130	12	1,98	3,1

Vertailukäsittelyt tehtiin kolmeen kertaan, jotta nähtäisiin koetulosten hajonta. Taulukon 3 tuloksista nähdään hyvin selvästi, että entsyymikäsittely parantaa massan fluffattavuutta eli sen revittävyysominaisuuksia (tarvittava energiamäärä pienenee, samoin kuin nappuluku). Entsyymikäsittelyllä ei ollut vaikutusta fluffatun massan muihin tärkeisiin ominaisuuksiin (kuitupituus ja absorptioaika).

Esimerkki 2

- 10 Toistettiin esimerkin 1 mukainen koe siten, että entsyymikäsittelylämpötila oli 45 °C ja valmistettujen fluffarkkien tiheys vakioitiin arvoon 540 kg/m³ neliömassan ollessa 760 g/m². Muuten koejärjestelyt ja -olosuhteet olivat esimerkin 1 mukaiset. Lisätyt entsyymimäärät on
15 esitetty taulukossa 4 ja testaustulokset taulukossa 5.

Taulukko 4

Lisätyt entsyymimäärät kg:aa kohti massan kuivaainetta

	Entsyymi	
	Multifect L250	Multifect L250
Annos (l/t)	1,0	2,0
CMC-akt. U/kg	2800	5600
Ksylanaasiakt. U/kg	500	1000
25 Suod.pap.akt. U/kg	110	220
Mannanaasiakt. U/kg	90	180

Taulukko 5

Arkkien fluffaus (= revintä)-ominaisuudet

	Entsyymi	Annos l/t	Energian kulutus fluffauksessa MJ/t	Nappuluku fluffauksen jälkeen %
30	-	-	173	17
35	Multifect L250	1,0	160	14
	Multifect L250	2,0	157	13

Taulukon 4 tuloksista havaitaan, että myös tässä tapauksessa entsyymikäsitteily on parantunut massan fluffattavuutta eli revintäominaisuuksia.

Esimerkki 3

Esimerkissä 1 mainitulla NS-AQ-massalla tehtiin tehdasmittakaavainen entsyymikäsitteilykoe. Laimennettu entsyymiliuos lisättiin massavirtaan valkaistun massan varastotornin jälkeisen pumpun imupuolelle. Olosuhteet entsyymikäsitteilyssä olivat seuraavat:

- lämpötila 43 - 45 °C
- pH 4,5 - 5,0
- massan sakeus n. 3 %
- reaktioaika 1,5 h.

Keskimääräinen entsyymiannostus kokeen aikana oli 1,1 l/1 000 kg massan kuiva-ainetta, jolloin lisätty entsyymimäärä aktiivisuusyksikköinä kg:aa massan kuiva-ainetta (U/kg) kohti ilmenee taulukosta 6.

Taulukko 6

Lisätty entsyymimäärä entsyymiaktiivisuusyksikköinä kg:aa kohti massan kuiva-ainetta

Annos (l/t)	1,1
CMC-akt. U/kg	3 080
Ksylanasiakt. U/kg	330
Suod.pap.akt. U/kg	121
Mannanasiakt. U/kg	99

Entsyymikoe kesti 45 tuntia. Massan tiheys pidettiin vakiona ($0,56 \text{ kg/dm}^3$). Kokeen aikana seurattiin massan kuivatuskoneen käyttäytymistä ja joka toisesta konerullasta tehtiin massalle esimerkissä 1 mainitut mittaukset. Lisäksi massan kuivatuskoneen käyttäytymistä seurattiin ja massan ominaisuuksia mitattiin 4 tuntia ennen kokeen alkamista ja 3 tuntia kokeen päättymisen jälkeen. Yhteenveto kokeen tuloksista on esitetty taulukossa 7.

Taulukosta nähdään selvästi, että myös tehdasmittakaavassa massan käsitteily sellulolyyttisillä ja hemisel-

lulolyyttisillä entsyymeillä on parantanut NS-AQ-massan fluffattavuutta eli revintäominaisuuksia.

Taulukko 7

5 Entsyymikäsittelyn (Multifect L 250) vaikutus kuivatuskoneen nopeuteen ja massan revintäominaisuuksiin NS-AQ-revinnäismassan valmistuksessa, sekä entsyymikäsittelykoe että vertailukoe tehtiin vakiotiheydessä (560 kg/m³).

	Vertailu	Multifect L 250
10 Annos, l/t	-	1,1
Kuivatuskone:		
- Märkäpuristus, kN/m	92	85
- Koneen nopeus, m/min	<85	92
15 - Tuotanto, t/h	18	>20
- Puhkaisulujuus, kPa	>1 500	<1 200
Revintäominaisuudet:		
- Energian kulutus, MJ/t	220	200-205
20 - Nuppupitoisuus, %	12	7
- Bulkki, cm ³ /g	20,5	21,0
- vanhentamisen jälkeen	21,5	22,0
- Absorptioaika, s	2,7	2,8
25 - vanhentamisen jälkeen	3,1	3,2
- Absorptiokapasiteetti, g/g	11,0	11,3
- vanhentamisen jälkeen	11,1	11,6

30

Esimerkki 4

Kokeessa käytettiin puumassaa, joka oli valmistettu kuusi/mänty-sekahakkeesta sulfaattimenetelmällä ja valkaistu käyttäen O-C+D-E-O-D-E-D-sekvenssiä (happi-kloorin ja klooridioksidin seos-alkaliuutto-happi-klooridioksidi-alkaliuutto-klooridioksidi) ja otettu tehtaalta kuivatus-

35

konetta edeltävästä varastosäiliöstä laboratorioon entsyymikäsittelykokeita varten. Entsyymikäsittely tehtiin käyttäen seuraavia olosuhteita:

- lämpötila 50 °C
- pH 5,0
- reaktioaika 1 h
- massan sakeus 3 %

Käytetyt entsyymipreparaatit ja niiden aktiivisuudet ilmenevät taulukosta 8.

Taulukko 8.

Käytetyt entsyymipreparaatit ja niiden aktiivisuudet

	Multifect L250	Multifect L250/ Multifect K
CMC-akt. U/ml	2 800	1 800
Ksylanaasiakt. U/ml	500	2 750
Suod.pap.akt. U/ml	110	75
Mannanaasiakt. U/ml	90	140

Käytetyt entsyymiannostukset olivat 0 (= vertailu) ja 1, 2 ja 4 1/1 000 kg massan kuiva-ainetta (1/t), jolloin lisätyt entsyymimäärät ilmoitettuna entsyymiaktiivisuusyksikköinä kg:aa massan kuiva-ainetta kohti ilmenevät taulukosta 9.

Entsyymikäsittelyn/vertailukäsittelyn jälkeen massasta valmistettiin ns. fluff-arkkeja samalla tavalla kuin esimerkissä 1 ja arkit testattiin esimerkissä 1 mainitulla tavalla. Testaustulokset ovat taulukossa 10.

Taulukosta 10 nähdään selvästi, että entsyymikäsittely parantaa myös sulfaattimassan revittävyysominaisuuksia eli revintään tarvittavan energian määrä pienenee, samoin massan nuppupitoisuus.

Taulukko 9

Lisätyt entsyymimäärät entsyymiaktiivisuuksina kg:aa massan kuiva-ainetta kohti.

Entsyymi	Annos l/t	CMC-akt. U/kg	Ksytl.akt. U/kg	Suod.pap.akt. U/kg	Menn.akt. U/kg
Multifect L250	1	2 800	500	110	90
"	2	5 600	1 000	220	180
"	4	11 200	2 000	440	360
Multifect L250/Multifect K	1	1 800	2 750	75	140
"	2	3 600	5 500	150	280
"	4	7 200	11 000	300	560

Taulukko 10

Entsyymillä käsitellystä sulfaattimassasta valmistettujen arkkien fluffaus (=revintä-)ominaisuudet

Entsyymi	Annos l/t	Revintäenergian kulutus, MJ/t	Revityn massan nuppupit., %	Revityn massan absorptio- aika, s
Vertailu	-	139	12	4,2
Multifect L250	1	130	10	3,9
"	2	121	12	4,4
"	4	117	9	4,9
Multifect L250/Multifect K	1	126	10	3,9
"	2	124	9	4,0
"	4	116	9	4,8

Esimerkki 5

Tehtiin esimerkin 1 mukainen koe käyttäen kuusi-
hakkeesta valmistettua ja O-D-E₀P-D-sekvenssillä (happi-
klooridioksidi-hapella vahvistettu alkaliuutto + peroksidi
5 - klooridioksidi) valkaistua ns. bisulfiitti-soodamassaa.

Entsyymikokeita varten massa otettiin tehtaalta
valkaisun jälkeiseltä pesurilta. Koejärjestelyt ja olosuh-
teet olivat esimerkin 1 mukaiset, sillä erolla, että nyt
käytettiin 1 h:n reaktioaikaa esimerkissä 1 mainitun 2 h:n
10 asemesta. Lisätyt entsyymimäärät on esitetty taulukossa
11 ja testaustulokset taulukossa 12.

Taulukko 11

Lisätyt entsyymimäärät (Multifect L250) entsyymi-
aktiivisuuksina kg:aa kohti massan kuiva-ainetta

15	Annos, l/t	1	2	4
	CMC-akt., U/kg	2 800	5 600	11 200
	Ksylanaasiakt., U/kg	500	1 000	2 000
	Suod.pap.akt., U/kg	110	220	440
	Mannanaasiakt., U/kg	90	180	360

20

Taulukko 12

Arkkien revintäominaisuudet

	Entsyymi	Annos l/t	Revintäenergian kulutus, MJ/t	Revityn massan nuppupit., %
25	Vertailu	-	100	1
	Multifect L250	1	96	0
	"	2	96	0
	"	4	86	0

30

Taulukosta 12 havaitaan, että entsyymikäsittely
parantaa myös bisulfiitti-sooda-massan revintäominaisuuksia.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä revittävyydeltään parannetun fluffmas-
san valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että fluffmas-
5 san valmistusprosessin aikana massalle suoritetaan entsyy-
mikäsittely.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n-
n e t t u siitä, että fluffmassa on kemiallista massaa
tai kemitermomekaanista massaa, termomekaanista massaa tai
10 hioketta.

3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n-
n e t t u siitä, että massa on valkaisuamatonta massaa.

4. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n-
n e t t u siitä, että massa on valkaistua massaa.

15 5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n-
n e t t u siitä, että entsyymikäsittely suoritetaan ennen
massan valkaisuua.

6. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n-
n e t t u siitä, että entsyymikäsittely suoritetaan jonkin
20 massan valkaisu vaiheen yhteydessä.

7. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n-
n e t t u siitä, että entsyymikäsittely suoritetaan massan
valkaisuun jälkeen.

8. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen
25 menetelmä, t u n n e t t u siitä, että entsyymikäsittely
suoritetaan massan kuivatuksen yhteydessä.

9. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen
menetelmä, t u n n e t t u siitä, että entsyymikäsittely
suoritetaan käyttäen entsyymivalmistetta, joka sisältää
30 sellulolyyttistä aktiivisuutta ja/tai hemisellulolyyttistä
aktiivisuutta.

10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, t u n-
n e t t u siitä, että entsyymivalmistetta lisätään mää-
ränä, joka vastaa 0 - 10000 yksikköä sellulolyyttistä ak-
35 tiivisuutta suodatinpaperiaktiivisuutena ilmaistuna, 0 -
200000 yksikköä sellulolyyttistä aktiivisuutta CMCaasi-

- aktiivisuutena ilmaistuna, 0 - 2000000 yksikköä hemiselluloolyyttistä aktiivisuutta ksylanaasiaktiivisuutena ilmaistuna ja/tai 0 - 500000 yksikköä hemiselluloolyyttistä aktiivisuutta mannanaasiaktiivisuutena ilmaistuna, kg:aa kohti
- 5 massan kuiva-ainetta.

11. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että entsyymivalmistetta lisätään määränä, joka vastaa noin 20 - 600 yksikköä selluloolyyttistä aktiivisuutta suodatinpaperiaktiivisuutena ilmaistuna, noin
- 10 500 - 10000 yksikköä selluloolyyttistä aktiivisuutta CMC-aasi-aktiivisuutena ilmaistuna, noin 500 - 100000 yksikköä hemiselluloolyyttistä aktiivisuutta ksylanaasiaktiivisuutena ilmaistuna, ja/tai noin 50 - 10000 yksikköä hemiselluloolyyttistä aktiivisuutta mannanaasiaktiivisuutena il-
- 15 maistuna, kg:aa kohti massan kuiva-ainetta.

12. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 11 mukaisella menetelmällä valmistetun fluffmassan käyttö kertakäyttöisten hygieniatuotteiden valmistukseen.

13. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 11 mukaisella
- 20 menetelmällä valmistetun fluffmassan käyttö kuivarainaus-
tuotteiden valmistukseen.

Patentkrav

1. Förfarande för framställning av fluffmassa med förbättrad rivbarhet, k ä n n e t e c k n a t därav, att
5 massan underkastas enzymbehandling under fluffmassans framställningsprocess.
2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att fluffmassan utgörs av kemisk massa eller kemitermomekanisk massa, termomekanisk massa
10 eller slipmassa.
3. Förfarande enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att massan utgörs av oblekt massa.
4. Förfarande enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att massan utgörs av blekt massa.
- 15 5. Förfarande enligt patentkravet 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att enzymbehandlingen utförs före blekning av massan.
6. Förfarande enligt patentkravet 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att enzymbehandlingen utförs i samband med något blekningssteg av massan.
20
7. Förfarande enligt patentkravet 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att enzymbehandlingen utförs efter blekning av massan.
8. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t därav, att enzymbehandlingen utförs i samband med torkning av massan.
25
9. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t därav, att enzymbehandlingen utförs genom att använda ett enzympreparat, som
30 innehåller cellulolytisk aktivitet och/eller hemicellulolytisk aktivitet.
10. Förfarande enligt patentkravet 9, k ä n n e t e c k n a t därav, att enzympreparatet tillsätts i en mängd, som motsvarar 0 - 10000 enheter cellulolytisk
35 aktivitet uttryckt som filterpapperaktivitet, 0 - 200000

enheter cellulolytisk aktivitet uttryckt som CMCas-aktivitet, 0 - 2000000 enheter hemicellulolytisk aktivitet uttryckt som xylanasaktivitet och/eller 0 - 500000 enheter hemicellulolytisk aktivitet uttryckt som mannanasaktivitet, per kg torrsbstans i massan.

5

11. Förfarande enligt patentkravet 9, k ä n n e - t e c k n a t därav, att enzympreparat tillsätts i en mängd, som motsvarar cirka 20 - 600 enheter cellulolytisk aktivitet uttryckt som filterpapperaktivitet, cirka 500 - 10000 enheter cellulolytisk aktivitet uttryckt som CMCas-aktivitet, cirka 500 - 100000 enheter hemicellulolytisk aktivitet uttryckt som xylanasaktivitet, och/eller cirka 50 - 10000 enheter hemicellulolytisk aktivitet uttryckt som mannanasaktivitet , per kg torrsbstans i massan.

10

15

12. Användning av fluffmassan framställd medelst ett förfarande enligt något av patentkraven 1 - 11 för framställning av engångshygieniprodukter.

13. Användning av fluffmassan framställd medelst ett förfarande enligt något av patentkraven 1 - 11 för framställning av torrformade produkter.

20

TRANSLATION OF ABSTRACT FOR FI87372

Abstract

Fluff pulp with improved defibration properties is produced by exposing the pulp to an enzyme treatment at any stage during the pulp production process. The enzyme treatment may be carried out using an enzyme preparation containing cellulolytic and/or hemicellulolytic activity. The enzyme treated fluff pulp is useful in the manufacture of disposable hygiene products and air-laid products.